

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-060332

(43)Date of publication of application : 03.03.1998

(51)Int.Cl.

G09D 11/00
B01F 17/52
G09D 11/02

(21)Application number : 08-217375

(71)Applicant : KAO CORP

(22)Date of filing : 19.08.1996

(72)Inventor : AIDA KENJI
ISHII MASUKAME
SAKUMA TADASHI
YANAGI HIDEKI
SUZUKI SHOICHI
WAKABAYASHI SHIGEMI
TSUJII YOSHIKI

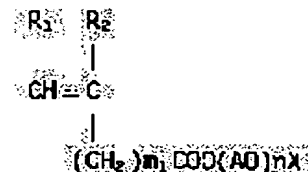
(54) PRODUCTION OF WATER-BASE INK FOR INK JET RECORDING

(57)Abstract:

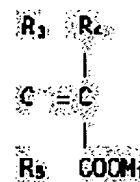
PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a process for producing a water-base ink for ink jet recording wherein the ink dispersion step is easy to control by regulating the cumulative power applied per unit weight to be in a specified range.

SOLUTION: In dispersing a pigment dispersion prepared by predispersing at least a pigment and a polymeric dispersant in an aqueous medium in a sand mill, the cumulative power applied to the sand mill per unit weight is adjusted to 0.1-10kWh/kg. The polymeric dispersant preferably comprises a copolymer of (meth)acrylic acid derivatives in particular.

The (meth)acrylic acid derivatives preferably include monomers of formula I (wherein R1 and R2 are each H or lower alkyl; m1 is 0 to 2; AO is a 2-3C oxyalkylene; n is 1 to 300; and X is H or lower alkyl) and monomers (including acid anhydrides) of formula II [wherein R3, R4 and R5 are each H, lower alkyl or (CH2)m2 COOM2; M1 and M2 are each H, an alkali (alkaline earth) metal, ammonium or amine; and m, is 0 to 2] in particular.



I



II

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 16.07.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2974617

[Date of registration] 03.09.1999

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

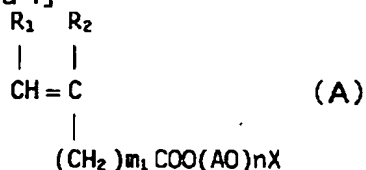
[Claim(s)]

[Claim 1] an aqueous solvent -- the manufacture approach of the ink jet record water-system ink characterized by making into 0.1 - 10 kWh/kg addition power per [which faces the pigment distribution object with which it comes to carry out preliminary distribution of a pigment and the macromolecule dispersant inside of the body at least distributing by the sand mill, and impresses it to this sand mill] unit weight.

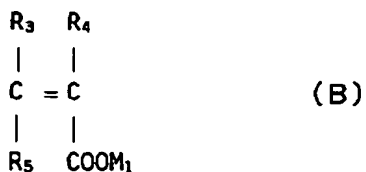
[Claim 2] The manufacture approach of ink jet record water-system ink according to claim 1 that the above-mentioned giant-molecule dispersant is the copolymer of an acrylic-acid (meta) derivative.

[Claim 3] The manufacture approach of the ink jet record water-system ink according to claim 2 which is the copolymer obtained by the above-mentioned macromolecule dispersant carrying out the polymerization of the monomer (a) expressed with the following general formula (A), and the monomer (b) expressed with the following general formula (B).

[Formula 1]



(式中、R₁ 及びR₂ は水素原子又は低級アルキル基を示し同一又は異なってもよく、m₁ は0～2の整数を示し、AOは炭素数2～3のオキシアルキレン基を示し、nは1～300の整数を示し、Xは水素原子又は低級アルキル基を示す。)



(式中、R₃、R₄及びR₅は水素原子、低級アルキル基又は(CH₂)_{m₂}COOM₂を示し同一又は異なってもよく、M₁及びM₂は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又はアミンを示し同一又は異なってもよく、m₂ は0～2の整数を示す。また、一般式(B)においては、その酸無水物も含む。)

[Translation done.]

*** NOTICES ***

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the manufacture approach of ink jet record water-system ink with easy management of the distributed process of ink in more detail about the manufacture approach of ink jet record water-system ink.

[0002]

[Description of the Prior Art] ink jet record water-system ink — general — aqueous solvents, such as water and alcohols, — after preparing the distributed object which carried out preliminary distribution of the dispersants, such as a pigment and water soluble resin, inside of the body, the distributed process which makes even predetermined extent distribute this distributed object using dispersers, such as a sand mill, is performed, and it is prepared by subsequently diluting to predetermined concentration. And extent of distribution of the distributed object in the above-mentioned distributed process was based on the time amount which is piling up in a distributed in a plane one by the distributed object.

[0003] However, extent of distribution of this distributed object with the difference in the viscosity of the above-mentioned distributed object or viscoelasticity and the type of a disperser to be used was at the time as it is actual not to necessarily correlate the time amount by which this distributed object is piling up in the above-mentioned distributed in a plane one. Therefore, it was difficult to require an experience, know how, etc. of management of the above-mentioned distributed process, and to make production control easy.

[0004] Therefore, the object of this invention has the small dependence to the type of the viscosity and the viscoelasticity of a distributed object, or a disperser, and it is to offer the manufacture approach of ink jet record water-system ink with easy management of the distributed process of ink.

[0005]

[Means for Solving the Problem] When it became clear that there were the addition power and the correlation per [which impressed extent of distribution of a distributed object to the disperser as a result of this invention persons' inquiring wholeheartedly] unit weight and examination was promoted further, the knowledge of the ability to attain the above-mentioned object was carried out by managing a distributed process for the addition power per this unit weight as specific range.

[0006] that by which this invention was made based on the above-mentioned knowledge — it is — an aqueous solvent — it faces distribute the pigment distribution object with which it comes to carry out preliminary distribution of a pigment and the macromolecule dispersant inside of the body at least by the sand mill, and the above-mentioned object attains by offer the manufacture approach of the ink jet record water system ink characterize by to carry out addition power per [which is impress to this sand mill] unit weight in 0.1–10kWh/kg.

[0007]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, 1 desirable operation gestalt of the manufacture approach of the ink jet record water-system ink of this invention is explained with reference to a drawing. Here, drawing 1 is a flow chart showing the process of 1 operation gestalt of the manufacture approach of the ink jet record water-system ink of this invention.

[0008] The process at which the manufacture approach of the operation gestalt shown in drawing 1 agitates a giant-molecule dispersant and an aqueous solvent object with a dissolver at least (1), The process which adds a pigment and is further agitated with a dissolver (preliminary distribution) (2), The process (3) which distributes the pigment distribution object obtained by preliminary distribution using a die no mill under the addition power per predetermined unit weight of this pigment distribution object, and the process (4) which dilutes the above-mentioned pigment distribution object to predetermined concentration are provided. Hereafter, these processes are explained, respectively.

[0009] In the above-mentioned process (1), a giant-molecule dispersant and an aqueous solvent object are agitated with a dissolver. In this case, as for the combination weight ratio of this macromolecule dispersant and an aqueous solvent object, it is desirable the dispersibility at the time of preliminary distribution and distribution

and to be referred to as former:latter =1:200-1:1 from the point of the handling nature at the time of preliminary distribution and distribution, and being referred to as 1:100-1:2 is still still more desirable. Moreover, as for churning time amount, it is desirable that it is 5 - 120 minutes from the point which makes homogeneity mixing with a macromolecule dispersant and an aqueous solvent object, and it is still more desirable that it is 10 - 60 minutes.

[0010] In the above-mentioned process (2), a pigment is added into the mixture of the giant-molecule dispersant and aqueous solvent object which were acquired at the above-mentioned process (1), and it agitates further with a dissolver into it (preliminary distribution). In this case, as for the loadings of a pigment, it is desirable the dispersibility at the time of preliminary distribution and distribution and to set a combination weight ratio with the point of the handling nature at the time of preliminary distribution and distribution to an aqueous solvent object to pigment:aqueous solvent object =1:33-1:1, and being referred to as 1:25-1:2 is still still more desirable.

Moreover, in order to fully soak a pigment in the mixture of a macromolecule dispersant and an aqueous solvent object, as for churning time amount, it is desirable that it is 5 - 120 minutes, and it is still more desirable that it is 10 - 60 minutes. In order to fully soak a pigment in the mixture of a macromolecule dispersant and an aqueous solvent object, as for the concentration of the pigment in the pigment distribution object obtained in this process, it is desirable from the point of the handling nature at the time of preliminary distribution and distribution that it is 3 - 50 % of the weight, and it is still still more desirable that it is 4 - 35 % of the weight.

[0011] In the above-mentioned process (3), the pigment distribution object obtained by preliminary distribution at the above-mentioned process (2) is distributed using a die no mill (a kind of a sand mill). Extent of distribution is adjusted based on the addition power per unit weight of the pigment distribution object impressed to a die no mill. Although it was not easy as above-mentioned to manage extent of distribution of a pigment distribution object by time amount, by performing management of the distributed process of this pigment distribution object based on the addition power per unit weight of this pigment distribution object according to this invention, the dependency to the class of mill of extent of distribution becomes small, and extent of distribution can be managed easily. Moreover, it becomes what distribution of the pigment in the ink obtained became very good, and was excellent in the repeatability of the particle size distribution of a pigment. Let addition power per unit weight of the pigment distribution object impressed to a die no mill in the above-mentioned process (3) (per 1kg of pigment distribution objects) be the range of 0.1-10kWh/kg. If distribution will run short, a big and rough particle will remain, if the addition power per this unit weight does not fulfill 0.1 kWh/kg, a good pigment distribution object is no longer obtained and 10 kWh/kg is exceeded, a good pigment distribution object is not obtained by the condensation and/or thickening by excessive powder, and/or it will become impossible to aim at improvement in the large dispersibility beyond it. As for the addition power per unit weight of a pigment distribution object, it is still more desirable that it is 0.5 - 5 kWh/kg preferably that it is 0.25 - 8 kWh/kg. In addition, the addition power per unit weight of a pigment distribution object is measured by the integrating wattmeter with which the die no mill was equipped.

[0012] In the above-mentioned process (4), the pigment distribution object distributed at the above-mentioned process (3) is diluted to predetermined concentration, and ink is obtained. Let concentration of each component be the concentration of final ink by this dilution. As for dilution, it is desirable to carry out by mixing the above-mentioned pigment distribution object of the specified quantity with the macromolecule dispersant of the specified quantity and an aqueous solvent object at least.

[0013] Unless it is not restricted to the above-mentioned operation gestalt but deviates from the meaning of this invention, various modification gestalten are possible for the manufacture approach of this invention. For example, in the manufacture approach of the above-mentioned operation gestalt, it is also desirable to carry out centrifugal separation (for example, for [2500] G or 20 minutes) of the ink with a centrifugal separator after the above-mentioned process (4). Since the ink which 2 micrometers or more of particles 1 micrometers or more are preferably removed still more preferably by this centrifugal separation, and does not have blinding is obtained, it is desirable. Moreover, in the manufacture approach of the above-mentioned operation gestalt, well-known equipment, for example, Despa, a homomixer, etc., may be conventionally used instead of using a dissolver in the above-mentioned process (1) and (2). Moreover, in the manufacture approach of the above-mentioned operation gestalt, it may replace with a die no mill as a sand mill, and well-known equipment, for example, a grain mill, a super mill, spy cumyl, a pearl mill, etc. may be used conventionally. Moreover, in the manufacture approach of the above-mentioned operation gestalt, the throughput (weight) of the above-mentioned pigment distribution object can be suitably adjusted according to the magnitude of the distributed equipment to be used etc.

Moreover, in the manufacture approach of the above-mentioned operation gestalt, the various components which are mentioned later if needed in addition to an above-mentioned component may be added, and ink may be manufactured. For example, in addition to a macromolecule dispersant, in the above-mentioned process (1), surfactants, pH regulators, etc., such as an anionic surface active agent, may be agitated with an aqueous solvent object.

[0014] Next, the various components used for the ink manufactured by the manufacture approach of this

invention are explained.

[0015] As the above-mentioned aqueous solvent object, water is mainly used. Moreover, the mixture of water and a water soluble solvent can also be used. As for water, it is desirable to be blended 70 to 98% of the weight into ink, and it is still more desirable to be blended 85 to 95% of the weight. Moreover, as for a water soluble solvent, it is desirable to be blended 0.1 to 30% of the weight, and it is still more desirable to be blended 0.1 to 15% of the weight.

[0016] If the above-mentioned water soluble solvent has a function as a wetting agent thru/or a moisturizer, there will be especially no limit in the class. For example, ethylene glycol, propylene glycol, a diethylene glycol, Glycols; glycerols, such as triethylene glycol, tetraethylene glycol, and a polyethylene glycol; Diethylene-glycol diethylether, The diethylene-glycol monobutyl ether, ethylene glycol monomethyl ether, Ethylene glycol monoethyl ether, ethylene glycol monobutyl ether, Methyl carbitol, ethyl carbitol, butyl carbitol, ethyl carbitol acetate, Diethyl carbitol, the triethylene glycol monomethyl ether, The ether of polyhydric alcohol, such as the triethylene glycol monoethyl ether and propylene glycol monomethyl ether, acetate; — thiodiglycol; N-methyl-2-pyrrolidone; — a kind of nitrogen-containing compounds, such as 1 and 3-dimethyl imidazolidinone; triethanolamine; formamide; dimethylformamide, and dimethyl sulfoxide or two sorts or more can be used.

[0017] Especially a limit does not have the above-mentioned pigment in the class. For example Carbon black; The C.I. pigment yellow 1, 5, 12, 14, 17, 24, 42, 53, 83, 95, 97, and 98 and the 100;C.I. pigment red 1, 3, 4, 5, 17, 22, 31, 48, 49, 53, 63, 64, 81:1, and 88 And it is desirable to be able to use the;C.I. pigment black 1 and 11 grades for the 101;C.I. pigment blues 1, 15, 16, 27, 28, 29, 56, and 60 and 63 lists, and to use carbon black especially. As for the above-mentioned pigment, it is desirable to be blended one to 15% of the weight into ink, and it is still more desirable to be blended two to 10% of the weight. If the loadings of this pigment are not filled to 1% of the weight, printing concentration is inadequate, and since large improvement in printing concentration cannot be aimed at even if it uses it exceeding 15 % of the weight, it is desirable to consider as above-mentioned within the limits. Moreover, as for the above-mentioned pigment, it is desirable that the point of the improvement in preservation stability of ink to the mean particle diameter is 0.05–3 micrometers, and it is still more desirable that it is 0.05–1 micrometer.

[0018] When color-printing by the subtractive-color-mixture method using the ink manufactured by the manufacture approach of this invention, it is desirable to use the drainage system pigment ink set which consists of black, yellow, a Magenta, and four kinds of ink containing the pigment of each cyanogen. In this case, if the C.I. pigment blue 15:3 is used as a cyanogen pigment using the pigment chosen from the C.I. pigment red 48:3, 83, and 122 as a Magenta pigment using the pigment chosen from the C.I. pigment yellow 17 and 83 as a yellow pigment, using carbon black as a black pigment, since color repeatability will improve, it is desirable.

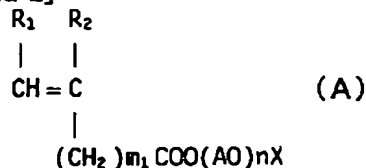
[0019] What may raise the dispersibility of the pigment in ink as the above-mentioned macromolecule dispersant is used. As this giant-molecule dispersant, natural rubber, such as protein, such as gelatin and casein, and gum arabic, Guru KOKISHIDO, such as a saponin, alkyl cellulose, carboxy alkyl cellulose, Cellulosics, such as a hydroxyalkyl cellulose, a ligninsulfonic acid salt, Naturally-occurring polymers, such as a shellac, polyacrylate, styrene-acrylic acid copolymer salt, Vinyl naphthalene-acrylic acid copolymer salt, styrene maleic acid copolymer salt, Nonionic giant molecules, such as anion nature giant molecules, such as vinyl naphthalene-maleic acid copolymer salt, sodium salt of beta-naphthalene sulfonic-acid formalin condensate, and polyphosphoric acid, polyvinyl alcohol, a polyvinyl pyrrolidone, and a polyalkylene glycol, etc. can be used. These are independent or can be used combining two or more sorts.

[0020] If the copolymer of an acrylic-acid (meta) derivative is used as the above-mentioned macromolecule dispersant, since the dispersibility of the pigment in the above-mentioned process (3) will improve further, the repeatability of the particle size distribution of a pigment will improve further and the prolonged preservation stability of ink will improve further especially, it is desirable. As for the copolymer of a ** (meta) acrylic-acid derivative, the monomer in which only an acrylic acid, methacrylic acid, or its derivative may be used for as a copolymerization component, and has an acrylic acid, methacrylic acid or its derivative, and polymerization nature may be used as a copolymerization component. (Meta) As a derivative of an acrylic acid, the compound (for example, a maleic acid, an itaconic acid, a citraconic acid, and a fumaric acid) with which the hydrogen atom combined with double bond carbon was permuted by various functional groups (for example, a carboxyl group and a carboxy alkyl group) is mentioned to the alkali-metal salt, an alkaline-earth-metal salt, ammonium salt or an amine salt and ester, and a list. The derivative of the acrylic acid which can introduce into the above-mentioned copolymer the side chain of the chain length of extent which may discover steric hindrance nature especially (meta) is desirable.

[0021] (Meta) Especially the thing used preferably is a copolymer [this copolymer is hereafter called "copolymer (I)"] obtained by carrying out the polymerization of the monomer (a) expressed with the following general formula (A), and the monomer (b) expressed with the following general formula (B) as a copolymer of an acrylic-acid derivative.

[0022]

[Formula 2]



(式中、 R_1 及び R_2 は水素原子又は低級アルキル基を示し同一又は異なってもよく、 m_1 は 0～2 の整数を示し、 AO は炭素数 2～3 のオキシアルキレン基を示し、 n は 1～300 の整数を示し、 X は水素原子又は低級アルキル基を示す。)



(式中、 R_3 、 R_4 及び R_5 は水素原子、低級アルキル基又は $(CH_2)_{m_2} COOM_2$ を示し同一又は異なってもよく、 M_1 及び M_2 は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又はアミンを示し同一又は異なってもよく、 m_2 は 0～2 の整数を示す。また、一般式 (B) においては、その酸無水物も含む。)

[0023] When the above-mentioned copolymer (I) is explained in full detail, it sets to the above-mentioned general formula (A), and is R_1 . And R_2 A hydrogen atom or a low-grade alkyl group (preferably C1-C3) is shown as above-mentioned, and it may be the same or you may differ. Especially, it is R_1 . And R_2 Both are hydrogen atoms or it is R_1 . It is R_2 at a hydrogen atom. It is desirable that it is a methyl group. m_1 The integer of 0-2 is shown and it is 0 or 1 preferably. AO shows the oxy-alkylene group (namely, an oxyethylene radical or an oxypropylene radical) of carbon numbers 2-3, and is an oxyethylene radical preferably. n shows the integer of 1-300, is the integer of 2-150 preferably, and is the integer of 4-130 still more preferably. When distributed stability could not be enough demonstrated when n was 0, but the viscosity of ink rises when n exceeded 300, for example, it uses for an ink jet printer, it may have an adverse effect on regurgitation behavior. X shows a hydrogen atom or a low-grade alkyl group (preferably C1-C5), and is a hydrogen atom, a methyl group, or an ethyl group preferably.

[0024] Although it is desirable as a compound expressed with the above-mentioned general formula (A), as an example A methoxy polyethylene glycol, a methoxy polyethylene polypropylene glycol, An ethoxy polyethylene glycol, an ethoxy polyethylene polypropylene glycol, A piece end alkyl blockade polyalkylene glycol and acrylic acids, such as a propoxy polyethylene glycol and a propoxy polyethylene polypropylene glycol, An esterification object with the dehydrogenation (oxidation) reactant of a methacrylic acid or a fatty acid, and the ethylene oxide to the dehydrogenation (oxidation) reactant of an acrylic acid, a methacrylic acid, or a fatty acid and a propylene oxide addition product are mentioned. In the compound expressed with the above-mentioned general formula (A), when making the both sides of ethylene oxide and propylene oxide add, mutual either random addition and block addition or addition etc. can be used. In this case, as for the addition mole ratio (former: latter) of ethylene oxide and propylene oxide, it is desirable that it is 10:90-90:10, and it is still more desirable that it is 10:90-60:40.

[0025] As a compound expressed with the above-mentioned general formula (B), partial saturation dicarboxylic acid and its salt are mentioned to partial saturation monocarboxylic acid and its salt list. Specifically, the maleic anhydride, the itaconic acid anhydride, and the anhydrous citraconic acid which are these acid anhydrides are mentioned to an acrylic acid, a methacrylic acid, and a crotonic-acid list in these alkali-metal salts, an alkaline-earth-metal salt, ammonium salt, and an amine salt list at these metal salts, the maleic acid which is a partial saturation dicarboxylic acid system monomer, an itaconic acid, a citraconic acid, and a fumaric-acid list.

[0026] In the above-mentioned copolymer (I), it is desirable that the above-mentioned monomer (a) and the mole ratio [(Monomer a) / monomer (b)] of (b) are 0.1 / 100 - 100/100, and it is still more desirable that it is 1 / 100 - 70/100. If the ratio of this monomer (a) is smaller than this, distributed preservation stability will be spoiled, and when the ratio of this monomer (a) is larger than this, there is a possibility that the solubility over water may fall and dispersibility may fall. That is, by making this monomer (a) and the mole ratio of (b) into this within the limits, since it becomes the macromolecule dispersant which was excellent in dispersibility and was excellent in

distributed preservation stability, it is desirable.

[0027] In the above-mentioned copolymer (I), the monomer in which other copolymerization is possible within limits which do not spoil the function as the macromolecule dispersant may be further used as a copolymerization component. As this monomer, acrylonitrile (meta), acrylamide (meta), styrene, a styrene sulfonic acid, etc. are mentioned.

[0028] The above-mentioned monomer (a) and the copolymerization format of (b) can take the copolymerization format of random copolymerization, block copolymerization, alternating copolymerization, and graft copolymerization, and especially unless the function as a macromolecule dispersant of the copolymer (I) obtained is spoiled, they are not restricted.

[0029] Since the above-mentioned copolymer (I) has a possibility of the viscosity of ink rising and reducing the engine performance of ink when it became the amount of macromolecules and it is made into that thicken and deal with it and it is inferior to a sex, and ink, it is desirable for the weight average molecular weight to be 5000–200,000, and it is still more desirable that it is 5000–70,000.

[0030] It is desirable to use the copolymer obtained by carrying out the polymerization of the oxy-alkylene group still more preferably especially preferably per molecule from the point of dispersibility and the preservation stability of a distributed object in 1–300 pieces, and the polyalkylene glycol monoester system monomer (especially, [the polyalkylene glycol ester of an acrylic acid (meta) or alkoxy polyalkylene glycol ester]) and acrylic-acid (meta) system monomer introduced 4–130 pieces much more preferably 2–150 pieces also in the above-mentioned copolymer (I).

[0031] The preparation approach of the above-mentioned copolymer (I) is not restricted especially unless the function as a macromolecule dispersant of this copolymer (I) is spoiled, but the well-known preparation approach is used conventionally. The approach of a publication etc. is mentioned [the 4th column of 42 lines of JP,7-223852,A – column / of 11 lines / 5th] as an example of the preparation approach.

[0032] Although the reason especially whose dispersibility of the pigment in the above-mentioned process (3) improves by using the copolymer, especially the above-mentioned copolymer (I) of an acrylic-acid derivative as the above-mentioned macromolecule dispersant (meta) is not certain, it is guessed that it is as follows. That is, the above-mentioned copolymer (I) is set in ink, and while the part (for example, carbonyl part) which has a charge in the molecule sticks to a pigment front face, the polyoxyalkylene group of a side chain encloses the front face of this pigment, where the method of outside is turned to. Since chain length is long and this polyoxyalkylene group has high steric hindrance nature, condensation of pigments is checked by this polyoxyalkylene group. Consequently, it is thought that the dispersibility and preservation stability of a pigment in the above-mentioned process (3) improve. Since it is notably discovered especially when pH of ink is high, as for the steric hindrance nature by the above-mentioned polyoxyalkylene group, it is desirable to set pH of ink as a high field so that it may mention later.

[0033] As for the above-mentioned macromolecule dispersant, it is desirable to be blended 0.05 to 10% of the weight into ink. Since only the loadings which fully stabilize a pigment are not reached unless it fills the loadings of this macromolecule dispersant to 0.05% of the weight, when preservation stability may be missing and it exceeds 10 % of the weight, the viscosity of about [that neither dispersibility nor preservation stability improves any more] or ink may be raised. As for the loadings of this macromolecule dispersant, it is still more desirable that it is 0.1 – 4 % of the weight, and it is much more desirable that it is 0.5 – 3 % of the weight.

[0034] The component which is described below in addition to the above-mentioned component can also be blended with the ink manufactured by the manufacture approach of this invention if needed.

[0035] In the above-mentioned ink, it is desirable from the point of improvement in the dispersibility of the pigment in the above-mentioned process (3) to use a dispersibility improver together with the above-mentioned macromolecule dispersant. As this dispersibility improver, various surfactants, such as an anionic surface active agent, a cationic surface active agent, a nonionic surface active agent, and an amphoteric surface active agent, can be used. As a whole, as for this surfactant, it is desirable to be blended 0.01 to 10% of the weight into ink, and it is still more desirable to be blended 0.05 to 5% of the weight.

[0036] The surfactant chosen from the group which consists of alkylbenzene sulfonates, alkylnaphthalenesulfonate, an alkane or an olefin sulfonate, an alkyl-sulfuric-acid ester salt, polyoxyethylene alkyl or an alkyl aryl ethereal sulfate ester salt, alkyl phosphate, alkyl diphenyl ether disulfon acid chloride, ether carboxylate, an alkyl sulfo succinate salt, alpha-sulfo fatty acid ester, and a fatty-acid salt as the above-mentioned anionic surface active agent, the condensate of a higher fatty acid and amino acid, naphthenate, etc. can be used. The anionic surface active agent used preferably Alkylbenzene sulfonates (especially thing of straight chain alkyl), an alkane or an olefin sulfonate (especially -- the 2nd class alkane sulfonate --) Alpha-olefin sulfonate, an alkyl-sulfuric-acid ester salt, polyoxyethylene alkyl, or an alkyl aryl ethereal sulfate ester salt (especially polyoxyethylene-alkyl-ether sulfate salt), Alkyl phosphate (monoalkyl thing especially), ether carboxylate, It is the surfactant chosen from the group which consists of alkyl sulfo succinate, alpha-sulfo fatty acid ester, and a fatty-acid salt. Preferably especially They are alkylbenzene sulfonates (especially thing of

straight chain alkyl), polyoxyethylene alkyl or an alkyl aryl ethereal sulfate ester salt (especially polyoxyethylene-alkyl-ether sulfate salt), and an alkyl-sulfuric-acid ester salt. These are independent or can be used combining two or more sorts.

[0037] As the above-mentioned cationic surface active agent, alkylamine salt, quarternary ammonium salt, sulfonium salt, a HOSUFONIUM salt, etc. can be used. These are independent or can be used combining two or more sorts.

[0038] The surfactant chosen from the group which consists of polyoxyethylene alkyl ether, polyoxyethylene alkyl aryl ether, a sorbitan fatty acid ester, polyoxyethylene sorbitan fatty acid ester, polyoxyethylene sorbitol fatty acid ester, a glycerine fatty acid ester, polyoxyethylene fatty acid ester, and alkyl (Pori) glycoxyde as the above-mentioned nonionic surface active agent can be used. The nonionic surface active agent used preferably is a surfactant chosen from polyoxyethylene alkyl ether and polyoxyethylene alkyl aryl ether. These are independent or can be used combining two or more sorts.

[0039] As the above-mentioned amphoteric surface active agent, an amino acid mold compound, a betaine mold compound, etc. can be used.

[0040] In using the above-mentioned surfactant especially, [whether an anionic surface active agent is used and], Or an anionic surface active agent and a nonionic surface active agent are used together, and it is 0.01 – 5 % of the weight (0.01 to 3% of the weight especially) about both loadings, respectively. especially — 0.05 – 2 % of the weight — carrying out — and both compounding ratio — this anionic surface active agent: — this — using so that it may become the weight ratio of nonionic surface active agent =100:1–1:100 (especially 90:1–1:70, especially 70:1 – 1:50) — the printing concentration of a printing image — And it is desirable from the point of improvement in the distributed stability under prolonged preservation.

[0041] moreover — the case where an anionic surface active agent is used as the above-mentioned surfactant — the above-mentioned macromolecule dispersant and this anionic surface active agent — both compounding ratio — this macromolecule dispersant: — this — it is desirable to be used by the weight ratio of anionic surface active agent =1:2–30:1. When the loadings of this macromolecule dispersant increase across the above-mentioned range, the wettability to the pigment of this macromolecule dispersant may be insufficient, and dispersibility may fall. On the other hand, when the loadings of this anionic surface active agent increase across the above-mentioned range, the whippability of ink may increase and it may be inferior to handling nature. both compounding ratio — this macromolecule dispersant: — this — it is still more desirable that it is anionic surface active agent =1:1–15:1, and it is much more desirable that it is 1:1–10:1.

[0042] In the above-mentioned ink, in order to aim at balance of improvement in the permeability to the detail paper of ink, and strike-through (exudation of ink to background to detail paper) prevention, it is desirable to blend a polypropylene glycol. As for a polypropylene glycol, it is desirable that the molecular weight is 400–3000, and it is still more desirable that it is 400–2000. As for a polypropylene glycol, it is desirable to be blended 0.01 to 3% of the weight into ink, and it is still more desirable to be blended 0.01 to 1% of the weight.

[0043] Moreover, in order to raise drying [of ink], it is desirable to blend aliphatic series monohydric alcohol. As this aliphatic series monohydric alcohol, it is desirable to use a kind of ethyl alcohol, 1-propyl alcohol, and the 2-propyl alcohol or two sorts or more, and especially the thing for which 1-propyl alcohol is used is desirable. Into ink, this aliphatic series monohydric alcohol is blended 0.01 to 10% of the weight preferably, and is blended 0.1 to 8% of the weight still more preferably. especially — the loadings of this aliphatic series monohydric alcohol — relation with the loadings of the above-mentioned macromolecule dispersant — setting — both compounding ratio — this macromolecule dispersant: — this — drying [of ink] improves further by adjusting so that it may be set to aliphatic series monohydric-alcohol =1:10–1:1.

[0044] Furthermore, in order to raise the intermittent dischargeability of ink, molecular weight can also blend the polyethylene-glycol JISARUFETO salt which are 400–3500 (especially 400–2000). As for this polyethylene-glycol JISARUFETO salt, it is desirable to be blended 0.01 to 3% of the weight into ink, and it is still more desirable to be blended 0.01 to 1% of the weight.

[0045] Similarly, a saccharide can also be blended with ink in order to raise intermittent dischargeability. As this saccharide, it is desirable to use a kind of D-glucose, a fructose, a maltose, and the saccharoses or two sorts or more, and especially the thing for which saccharose is used is desirable. Into ink, this saccharide is blended 0.1 to 5% of the weight preferably, and is blended 0.1 to 3% of the weight still more preferably. especially — the loadings of this saccharide — relation with the loadings of the above-mentioned macromolecule dispersant — setting — both compounding ratio — this macromolecule dispersant: — this — intermittent dischargeability improves further by adjusting so that it may be set to saccharide =20:1–1:5.

[0046] Moreover, similarly, in order to raise intermittent dischargeability, nitrogen content heterocyclic compounds, such as a N-methyl-2-pyrrolidone and 1,3-dimethyl-2-imidazolidinone, can also be blended with ink. Into ink, this nitrogen content heterocyclic compound is blended 0.01 to 10% of the weight preferably, and is blended 0.1 to 5% of the weight still more preferably.

[0047] Furthermore, similarly, in order to raise intermittent dischargeability, an aprotic polar solvent can also be

blended with ink. As this aprotic polar solvent, it is desirable to use a kind of dimethyl sulfoxide and the sulfolanes or two sorts or more. Into ink, this aprotic polar solvent is blended 0.01 to 10% of the weight preferably, and is blended 0.1 to 5% of the weight still more preferably.

[0048] Intermittent dischargeability of an aprotic polar solvent [these polyethylene-glycols JISARUFETO salt that may raise intermittent dischargeability, a saccharide, a nitrogen content heterocyclic compound, and] improves further further by using together with the above-mentioned pigment whose mean particle diameter is 0.05–3 micrometers.

[0049] Moreover, in order to raise fixable [of ink], it is desirable to blend emulsions, such as acrylic, an aqueous urethane system, a styrene-butadiene system, and a polyester system. It is especially desirable to blend an acrylic-urethane copolymer emulsion. As this emulsion, it is desirable to use an acrylic urethane block-copolymer (copolymer which polyurethane polymer added to polyacrylic acid polymer) emulsion. As for the weight average molecular weight of the copolymer in this emulsion, it is desirable that it is 10000–300000, and it is still more desirable that it is 20000–250000. As solid content concentration, as for this emulsion, it is desirable to be blended 0.01 to 10% of the weight into ink, and it is still more desirable to be blended 0.05 to 5% of the weight.

[0050] Similarly, in order to raise fixable [of ink], weight average molecular weight can also blend the polyethyleneimine which is 800–300000. It is desirable to use a kind of the polyethyleneimine by which the graft was carried out to the side chain of the principal chain which consists of an acrylic chain as this polyethyleneimine, the polyethyleneimine by which hydroxylation processing was carried out, and the dipolar-ionized polyethyleneimine, or two sorts or more, and especially the thing for which the polyethyleneimine by which hydroxylation processing was carried out is used is desirable. As for this polyethyleneimine, it is desirable to be blended 0.01 to 10% of the weight into ink, and it is still more desirable to be blended 0.05 to 5% of the weight.

[0051] Moreover, oxygen absorbents, such as chelating agents, such as antifungal agents, such as defoaming agents, such as a silicone system compound, and a chloro methyl phenol system compound, and EDTA, and a sulfite, etc. can also be further blended with the above-mentioned ink if needed.

[0052] As for the above-mentioned ink, it is desirable that the point which may raise the printing concentration, especially the black printing concentration of a printing image to the pH is 9.5–13.0, and it is still more desirable that it is 10.0–12.0. What is necessary is just to blend pH regulator, for example, amino alcohol, with ink, in order to consider as above-mentioned [pH] within the limits. As this amino alcohol, it is desirable to use monoethanolamine (for example, 2-aminoethanol), triethanolamine, etc.

[0053] The ink manufactured by the manufacture approach of this invention can be used in any printers, if it is the printer which used the ink jet recording method. For example, it can be used for both the printer of the heat jet recording method which records using the heat energy at the heater of the exoergic resistance element arranged by the printer head etc., and the printer of the piezoelectric-device recording method which records using the piezoelectric device arranged by the printer head.

[0054] Hereafter, the effectiveness of this invention is illustrated with an example. However, the range of this invention is not restricted to this example. In addition, among the following examples, especially the “section” and “%”, unless it refuses, weight section and weight % is expressed, respectively.

[0055] [Example 1] The following component was first stirred for 30 minutes with the dissolver.

– The macromolecule dispersant A 4 sections and sodium lauryl sulfate 4 sections and a diethylene glycol 7 sections and monoethanolamine 1 section and water By 64 *****, the carbon black (20nm of diameters of a primary particle) of the 20 sections was added in the above-mentioned dissolver, and this carbon black preliminary distribution of the churning was further carried out for 50 minutes, and the pigment distribution object was obtained. The above-mentioned pigment distribution object was put in into the die no mill, and it distributed until the addition power per unit weight of this pigment distribution object impressed to this die no mill became 1 kWh/kg. This pigment distribution object was diluted so that specified quantity addition of the above-mentioned giant-molecule dispersant A, sodium lauryl sulfate, a diethylene glycol, monoethanolamine, and the water might be carried out and the concentration of each component might be as follows in the above-mentioned pigment distribution object after distributed termination, centrifugal separation (for [2500] G or 20 minutes) of the diluent was further carried out with the centrifugal separator, the big and rough particle was removed, and ink jet record water-system ink was obtained.

– Carbon black 5% and the macromolecule dispersant A 2% and sodium lauryl sulfate 2% and a diethylene glycol 7% and monoethanolamine 1% and water In addition, the above-mentioned giant-molecule dispersant A is the copolymer of the methoxy polyethylene-glycol (number of EO addition: 120-piece / molecule) ester of a methacrylic acid, and sodium methacrylate 83% ([mole-ratio (former/latter) =30 / 70] of a monomer).

[0056] In order to evaluate the dispersibility of the pigment in the obtained ink, the following approach estimated the repeatability of the particle size distribution of a pigment. The result is shown in a table 2.

[0057] [Repeatability of the particle size distribution of a pigment] The particle size distribution of the pigment in the obtained ink was measured 3 times by dispersion intensity-distribution measurement of DLS-7000AL

(Otsuka electronic incorporated company), and the peak top and its standard deviation were obtained from the measured particle size distribution.

[0058] [Examples 2 and 3 and examples 1 and 2 of a comparison] Ink was manufactured like the example 1 except making into 2 kWh/kg (example 2), 5 kWh/kg (example 3), 0.08 kWh/kg (example 1 of a comparison), and 1.2 kWh/kg (example 2 of a comparison) addition power per unit weight of the pigment distribution object which carries out as the class of a pigment and macromolecule dispersant is shown in a table 1, and is impressed to a die no mill, respectively. The assessment same about the obtained ink as an example 1 was performed. The result is shown in a table 2.

[0059]

[A table 1]

		顔 料	高分子分散剤
実 施 例	1	カーボンブラック	高分子分散剤 A
	2	C.I. ピグメントレッド81:1	高分子分散剤 A
	3	C.I. ピグメントブルー15:1	スチレンとアクリル酸ナトリウムとの共重合体 〔単量体の重量比 (前者/後者) = 30/70〕
比 較 例	1	カーボンブラック	スチレンとアクリル酸ナトリウムとの共重合体 〔単量体の重量比 (前者/後者) = 30/70〕
	2	C.I. ピグメントレッド81:1	スチレンとマレイン酸ナトリウムとの共重合体 〔単量体の重量比 (前者/後者) = 50/50〕

[0060]

[A table 2]

		ピークトップ (nm) 再現性			標準偏差 再現性		
		1 回目	2 回目	3 回目	1 回目	2 回目	3 回目
実 施 例	1	717.8	732.5	709.6	92.8	93.6	91.5
	2	661.2	663.3	660.5	88.2	86.5	87.7
	3	493.7	501.1	488.7	74.4	75.2	73.3
比 較 例	1	901.4 (1269.5)	982.4 (1463.2)	889.2 (1338.2)	260.2	326.7	337.9
	2	1027.1 (331.5)	1365.1 (667.5)	1116.4 (517.8)	299.2	456.5	316.8

*かっこ内の数値は第2ピークの値を示す。

[0061] It turns out that the ink of the examples 1-3 which were made to distribute a pigment distribution object for the addition power per unit weight of the pigment distribution object impressed to a die no mill as 0.1 - 10 kWh/kg, and were acquired is what is excellent in the repeatability of the particle size distribution of a pigment as compared with the ink obtained in the example of a comparison a passage clear from the result shown in a table 2.

[0062]

[Effect of the Invention] According to the manufacture approach of this invention, the dependence to the type of the viscosity and the viscoelasticity of a pigment distribution object, or a disperser is small, and it becomes easy to manage [of the distributed process of ink] it. Moreover, according to the manufacture approach of this invention, distribution of the pigment in the ink obtained becomes very good, and it excels in the repeatability of the particle size distribution of a pigment.

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-60332

(43)公開日 平成10年(1998)3月3日

(51)Int.Cl. ⁹	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 D 11/00	P S Z		C 0 9 D 11/00	P S Z
B 0 1 F 17/52			B 0 1 F 17/52	
C 0 9 D 11/02	P T N		C 0 9 D 11/02	P T N

審査請求 有 請求項の数3 O L (全 10 頁)

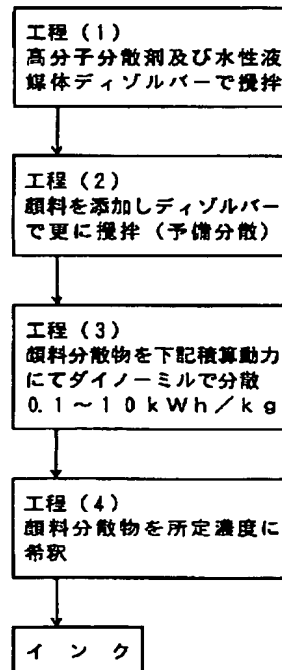
(21)出願番号	特願平8-217375	(71)出願人	000000918 花王株式会社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
(22)出願日	平成8年(1996)8月19日	(72)発明者	會田 健二 栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会 社研究所内
		(72)発明者	石井 萬壽亀 栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会 社研究所内
		(72)発明者	佐久間 正 栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会 社研究所内
		(74)代理人	弁理士 羽鳥 修 (外1名) 最終頁に続く

(54)【発明の名称】 インクジェット記録用水系インクの製造方法

(57)【要約】

【課題】 分散物の粘度及び粘弾性や分散機のタイプへの依存が小さく、インクの分散工程の管理が容易なインクジェット記録用水系インクの製造方法を提供すること。

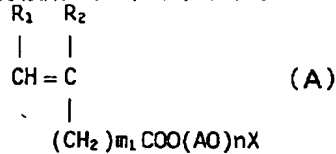
【解決手段】 本発明のインクジェット記録用水系インクの製造方法は、水性液媒体中に少なくとも顔料と高分子分散剤とが予備分散されてなる顔料分散物をサンドミルで分散するに際し、該サンドミルに印加する単位重量当たりの積算動力を0.1～10kWh/kgとすることを特徴とする。



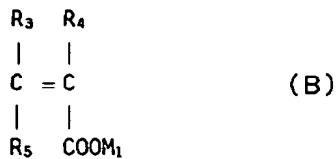
【特許請求の範囲】

【請求項 1】 水性液媒体中に少なくとも顔料と高分子分散剤とが予備分散されてなる顔料分散物をサンドミルで分散するに際し、該サンドミルに印加する単位重量当たりの積算動力を $0.1 \sim 10 \text{ kWh/kg}$ とすることを特徴とするインクジェット記録用水系インクの製造方法。

【請求項 2】 上記高分子分散剤が、(メタ)アクリル



(式中、 R_1 及び R_2 は水素原子又は低級アルキル基を示し同一又は異なってもよく、 m_1 は $0 \sim 2$ の整数を示し、 AO は炭素数 $2 \sim 3$ のオキシアルキレン基を示し、 n は $1 \sim 300$ の整数を示し、 X は水素原子又は低級アルキル基を示す。)



(式中、 R_3 、 R_4 及び R_5 は水素原子、低級アルキル基又は $(CH_2)_{m_2} COOM_2$ を示し同一又は異なってもよく、 M_1 及び M_2 は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又はアミンを示し同一又は異なってもよく、 m_2 は $0 \sim 2$ の整数を示す。また、一般式 (B) においては、その酸無水物も含む。)

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、インクジェット記録用水系インクの製造方法に関し、更に詳しくは、インクの分散工程の管理が容易であるインクジェット記録用水系インクの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】 インクジェット記録用水系インクは、一般に、水やアルコール類等の水性液媒体中に顔料及び水溶性樹脂等の分散剤を予備分散させた分散物を調製したのち、該分散物をサンドミル等の分散機を用いて所定の程度にまで分散させる分散工程を行い、次いで所定の濃度に希釈することにより調製されている。そして、上記分散工程における分散物の分散の程度は、分散物が分散機中に滞留している時間を基準としていた。

【0003】 しかしながら、上記分散物の粘度や粘弾性の違いや、用いる分散機のタイプにより、該分散物の分散の程度は該分散物が上記分散機中に滞留している時間

酸誘導体の共重合体である、請求項 1 記載のインクジェット記録用水系インクの製造方法。

【請求項 3】 上記高分子分散剤が、下記一般式 (A) で表される単量体 (a) と、下記一般式 (B) で表される単量体 (b) とを重合して得られる共重合体である、請求項 2 記載のインクジェット記録用水系インクの製造方法。

【化 1】

とは必ずしも関連していないのが実際のところであった。従って、上記分散工程の管理には経験やノウハウ等が要求され、工程管理を容易にすることが困難であった。

【0004】 従って、本発明の目的は、分散物の粘度及び粘弾性や分散機のタイプへの依存が小さく、インクの分散工程の管理が容易なインクジェット記録用水系インクの製造方法を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは鋭意検討した結果、分散物の分散の程度は、分散機に印加した単位重量当たりの積算動力と相関関係があることが判明し、更に検討を推し進めたところ、該単位重量当たりの積算動力を特定の範囲として分散工程を管理することにより、上記目的を達成し得ることを知見した。

【0006】 本発明は、上記知見に基づきなされたもので、水性液媒体中に少なくとも顔料と高分子分散剤とが予備分散されてなる顔料分散物をサンドミルで分散するに際し、該サンドミルに印加する単位重量当たりの積算

動力を0.1~10 kWh/kgとすることを特徴とするインクジェット記録用水系インクの製造方法を提供することにより上記目的を達成したものである。

【0007】

【発明の実施の形態】以下、本発明のインクジェット記録用水系インクの製造方法の好ましい一実施形態を図面を参照して説明する。ここで、図1は、本発明のインクジェット記録用水系インクの製造方法の一実施形態のプロセスを表すフローチャートである。

【0008】図1に示す実施形態の製造方法は、少なくとも高分子分散剤及び水性液媒体をディゾルバーで攪拌する工程(1)、顔料を添加しディゾルバーで更に攪拌(予備分散)する工程(2)、予備分散により得られた顔料分散物を、ダイノミルを用い、該顔料分散物の所定の単位重量当たりの積算動力にて分散させる工程

(3)、及び上記顔料分散物を所定の濃度に希釈する工程(4)を具備している。以下、これらの工程についてそれぞれ説明する。

【0009】上記工程(1)においては、高分子分散剤及び水性液媒体をディゾルバーで攪拌する。この場合、該高分子分散剤と水性液媒体との配合重量比は、予備分散及び分散時の分散性、更には予備分散及び分散時の取り扱い性の点から、前者：後者=1：200~1：1とすることが好ましく、1：100~1：2とすることが更に好ましい。また、攪拌時間は、高分子分散剤と水性液媒体との混合を均一にする点から5~120分であることが好ましく、10~60分であることが更に好ましい。

【0010】上記工程(2)においては、上記工程

(1)で得られた高分子分散剤と水性液媒体との混合物に、顔料を添加しディゾルバーで更に攪拌(予備分散)する。この場合、顔料の配合量は、予備分散及び分散時の分散性、更には予備分散及び分散時の取り扱い性の点から、水性液媒体との配合重量比を、顔料：水性液媒体=1：33~1：1とすることが好ましく、1：25~1：2とすることが更に好ましい。また、攪拌時間は、顔料を高分子分散剤と水性液媒体との混合物で十分に濡らすために、5~120分であることが好ましく、10~60分であることが更に好ましい。本工程において得られた顔料分散物における顔料の濃度は、顔料を高分子分散剤と水性液媒体との混合物で十分に濡らすために、更には予備分散及び分散時の取り扱い性の点から、3~50重量%であることが好ましく、4~35重量%であることが更に好ましい。

【0011】上記工程(3)においては、上記工程

(2)での予備分散で得られた顔料分散物をダイノミル(サンドミルの一種)を用いて分散させる。分散の程度は、ダイノミルに印加する顔料分散物の単位重量当たりの積算動力に基づいて調整する。上述の通り、顔料分散物の分散の程度を時間で管理することは容易でな

ったが、本発明に従い該顔料分散物の分散工程の管理を、該顔料分散物の単位重量当たりの積算動力に基づいて行うことにより、分散の程度のミルの種類への依存性が小さくなり、分散の程度を容易に管理することができる。また、得られるインクにおける顔料の分散が非常に良好になり、また、顔料の粒径分布の再現性に優れたものとなる。上記工程(3)においてダイノミルに印加する顔料分散物の単位重量当たり(顔料分散物1kg当たり)の積算動力は0.1~10 kWh/kgの範囲とする。該単位重量当たりの積算動力が0.1 kWh/kgに満たないと、分散が不足し、粗大粒子が残り、良好な顔料分散物が得られなくなってしまう、10 kWh/kgを超えると、過分散による凝集及び／又は増粘により良好な顔料分散物が得られず、及び／又はそれ以上の大幅な分散性の向上が図れなくなってしまう。顔料分散物の単位重量当たりの積算動力は0.25~8 kWh/kgであることが好ましく0.5~5 kWh/kgであることが更に好ましい。尚、顔料分散物の単位重量当たりの積算動力はダイノミルに備えられた積算電力計によって測定される。

【0012】上記工程(4)においては、上記工程(3)で分散された顔料分散物を所定の濃度に希釈してインクを得る。斯かる希釈により、各成分の濃度を最終的なインクの濃度とする。希釈は、所定量の上記顔料分散物を、少なくとも所定量の高分子分散剤及び水性液媒体と混合することにより行うことが好ましい。

【0013】本発明の製造方法は、上記実施形態に制限されず、本発明の趣旨を逸脱しない限り種々の変更形態が可能である。例えば、上記実施形態の製造方法においては、上記工程(4)の後に、インクを遠心分離機で遠心分離(例えば、2500G、20分間)することも好ましい。斯かる遠心分離によって好ましくは2μm以上、更に好ましくは1μm以上の粒子が除去され、目詰まりのないインクが得られるので好ましい。また、上記実施形態の製造方法においては、上記工程(1)及び(2)においてディゾルバーを用いる代わりに、従来公知の装置、例えばディスパやホモミキサー等を用いてもよい。また、上記実施形態の製造方法においては、サンドミルとしてダイノミルに代えて、従来公知の装置、例えばグレンミル、スーパーミル、スパイクミル、パールミル等を用いてもよい。また、上記実施形態の製造方法においては、上記顔料分散物の処理量(重量)は、用いる分散装置の規模等に応じて適宜調整することができる。また、上記実施形態の製造方法においては、上述の成分に加えて必要に応じて後述する各種成分を添加してインクを製造してもよい。例えば、上記工程(1)においては、高分子分散剤に加えて、アニオン界面活性剤等の界面活性剤やpH調整剤等を、水性液媒体と共に攪拌してもよい。

【0014】次に、本発明の製造方法によって製造され

るインクに用いられる各種成分について説明する。

【0015】上記水性液媒体としては、主に水が用いられる。また、水と水溶性溶剤との混合物を用いることもできる。水は、インク中に70～98重量%配合されることが好ましく、85～95重量%配合されることが更に好ましい。また、水溶性溶剤は0.1～30重量%配合されることが好ましく、0.1～15重量%配合されることが更に好ましい。

【0016】上記水溶性溶剤は、湿潤剤ないし保湿剤としての機能を有するものであればその種類に特に制限は無く、例えばエチレングリコール、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール及びポリエチレングリコール等のグリコール類；グリセリン；ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、メチルカルビトール、エチルカルビトール、ブチルカルビトール、エチルカルビトールアセテート、ジエチルカルビトール、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレングリコールモノエチルエーテル、及びプロピレングリコールモノメチルエーテル等の多価アルコールのエーテル類、アセテート類；チオジグリコール；N-メチル-2-ピロリドン；1,3-ジメチルイミダゾリジノン；トリエタノールアミン；ホルムアミド；ジメチルホルムアミド等の含窒素化合物類、ジメチルスルホキシドの一種又は二種以上を使用することができる。

【0017】上記顔料は、その種類に特に制限は無く、例えば、カーボンブラック；C. I. ピグメント・イエロー1、5、12、14、17、24、42、53、83、95、97、98及び100；C. I. ピグメント・レッド1、3、4、5、17、22、31、48、49、53、63、64、81；1、88及び101；C. I. ピグメント・ブルー1、15、16、27、28、29、56、60及び63並びに；C. I. ピグメント・ブラック1及び11等を用いることができ、特に、カーボンブラックを用いることが好ましい。上記顔料は、インク中に1～15重量%配合されることが好ましく、2～10重量%配合されることが更に好ましい。該顔料の配合量が1重量%に満たないと印字濃度が不十分であり、15重量%を超えて使用しても印字濃度の大幅な向上が図れないので、上記範囲内とすることが好ましい。また、上記顔料は、インクの保存安定性向上の点から、その平均粒径が0.05～3 μ mであることが好ましく、0.05～1 μ mであることが更に好ましい。

【0018】本発明の製造方法で製造されたインクを用いて減法混色法によりカラー印刷を行う場合には、黒色、イエロー、マゼンタ、及びシアンそれぞれの顔料を含有する4種類のインクからなる水系顔料インクセット

を用いることが好ましい。この場合、黒色顔料としてカーボンブラックを用い、イエロー顔料としてC. I. ピグメント・イエロー17及び83から選ばれる顔料を用い、マゼンタ顔料としてC. I. ピグメント・レッド48：3、83及び122から選ばれる顔料を用い、シアン顔料としてC. I. ピグメント・ブルー15：3を用いると、色再現性が向上するので好ましい。

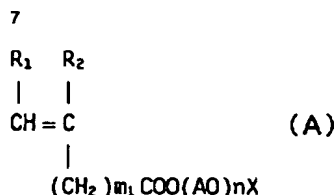
【0019】上記高分子分散剤としては、インクにおける顔料の分散性を向上させ得るものが用いられる。該高分子分散剤としては、ゼラチン、カゼイン等のタンパク質、アラビアゴム等の天然ゴム、サポニン等のグルコキシド、アルキルセルロース、カルボキシアルキルセルロース、ヒドロキシアルキルセルロース等のセルロース誘導体、リグニンスルホン酸塩、セラック等の天然高分子、ポリアクリル酸塩、スチレン-アクリル酸共重合体塩、ビニルナフタレン-アクリル酸共重合体塩、スチレン-マレイン酸共重合体塩、ビニルナフタレン-マレイン酸共重合体塩、 β -ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物のナトリウム塩、ポリリン酸等の陰イオン性高分子、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアルキレングリコール等の非イオン性高分子等を用いることができる。これらは単独で又は二種以上を組み合わせ用いることができる。

【0020】特に上記高分子分散剤として、(メタ)アクリル酸誘導体の共重合体を用いると、上記工程(3)における顔料の分散性が一層向上し、顔料の粒径分布の再現性が一層向上し、更にインクの長期間保存安定性が向上するので好ましい。該(メタ)アクリル酸誘導体の共重合体は、アクリル酸若しくはメタアクリル酸又はその誘導体のみが共重合成分として用いられているものであってもよく、或いはアクリル酸若しくはメタアクリル酸又はその誘導体と、重合性を有する単量体とが共重合成分として用いられているものであってもよい。(メタ)アクリル酸の誘導体としては、そのアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩若しくはアミン塩及びエステル、並びに二重結合炭素に結合する水素原子が各種官能基(例えばカルボキシル基やカルボキシアルキル基)で置換された化合物(例えば、マレイン酸、イタコン酸、シトラコン酸及びフマル酸)等が挙げられる。特に、立体障害性を発現し得る程度の鎖長の側鎖を上記共重合体に導入し得る(メタ)アクリル酸の誘導体が好ましい。

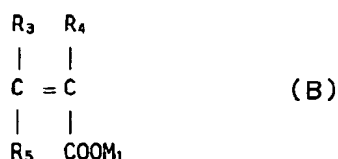
【0021】(メタ)アクリル酸誘導体の共重合体として特に好ましく用いられるものは、下記一般式(A)で表される単量体(a)と、下記一般式(B)で表される単量体(b)とを重合して得られる共重合体〔以下、この共重合体を「共重合体(1)」という〕である。

【0022】

【化2】



(式中、 R_1 及び R_2 は水素原子又は低級アルキル基を示し同一又は異なってもよく、 m_1 は0～2の整数を示し、 AO は炭素数2～3のオキシアリレン基を示し、 n は1～300の整数を示し、 X は水素原子又は低級アルキル基を示す。)



(式中、 R_3 、 R_4 及び R_5 は水素原子、低級アルキル基又は $(CH_2)_{m_2} COOM_2$ を示し同一又は異なってもよく、 M_1 及び M_2 は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又はアミンを示し同一又は異なってもよく、 m_2 は0～2の整数を示す。また、一般式(B)においては、その酸無水物も含む。)

【0023】上記共重合体(I)について詳述すると、上記一般式(A)において、 R_1 及び R_2 は、上述の通り水素原子又は低級アルキル基(好ましくはC1～C3)を示し、同一でも異なってもよい。特に、 R_1 及び R_2 が両方とも水素原子であるか又は R_1 が水素原子で R_2 がメチル基であることが好ましい。 m_1 は、0～2の整数を示し、好ましくは0又は1である。 AO は、炭素数2～3のオキシアリレン基(即ち、オキシエチレン基又はオキシプロピレン基)を示し、好ましくはオキシエチレン基である。 n は1～300の整数を示し、好ましくは2～150の整数であり、更に好ましくは4～130の整数である。 n が0であると分散安定性を十分発揮できず、 n が300を超えるとインクの粘度が上昇し、例えばインクジェットプリンタに用いた場合に吐出挙動に悪影響を及ぼすことがある。 X は水素原子又は低級アルキル基(好ましくはC1～C5)を示し、好ましくは水素原子、メチル基又はエチル基である。

【0024】上記一般式(A)で表される化合物として好ましいものの具体例としては、メトキシポリエチレングリコール、メトキシポリエチレンポリプロピレングリコール、エトキシポリエチレングリコール、エトキシポリエチレンポリプロピレングリコール、プロポキシポリエチレングリコール、プロポキシポリエチレンポリプロピレングリコール等の片末端アルキル封鎖ポリアルキレングリコールとアクリル酸、メタクリル酸又は脂肪酸の脱水素(酸化)反応物とのエステル化物や、アクリル酸、メタクリル酸又は脂肪酸の脱水素(酸化)反応物へ

のエチレンオキシド、プロピレンオキシド付加物が挙げられる。上記一般式(A)で表される化合物において、エチレンオキシド及びプロピレンオキシドの双方を付加させる場合には、ランダム付加、ブロック付加、交互付加等のいずれでも用いることができる。この場合、エチレンオキシドとプロピレンオキシドとの付加モル比(前者:後者)は、10:90～90:10であることが望ましく、10:90～60:40であることが更に望ましい。

【0025】上記一般式(B)で表される化合物としては、不飽和モノカルボン酸及びその塩並びに不飽和ジカルボン酸及びその塩が挙げられる。具体的には、アクリル酸、メタクリル酸及びクロトン酸並びにこれらの金属塩や、不飽和ジカルボン酸系単量体であるマレイン酸、イタコン酸、シトラコン酸及びフマル酸並びにこれらのアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩及びアミン塩並びにこれらの酸無水物である無水マレイン酸、無水イタコン酸及び無水シトラコン酸が挙げられる。

【0026】上記共重合体(I)においては、上記単量体(a)及び(b)のモル比〔単量体(a)/単量体(b)〕が0.1/100～100/100であることが好ましく、1/100～70/100であることが更に好ましい。該単量体(a)の比率がこれよりも小さいと分散保存安定性が損なわれ、該単量体(a)の比率がこれよりも大きいと水に対する溶解性が低下して分散性が低下する虞れがある。即ち、該単量体(a)及び

(b) のモル比をかかえる範囲内とすることにより、分散性に優れかつ分散保存安定性に優れた高分子分散剤となるので好ましい。

【0027】上記共重合体 (I) においては、その高分子分散剤としての機能を損なわない範囲内で他の共重合可能な単量体を共重合成分として更に用いてもよい。該単量体としては、(メタ) アクリロニトリル、(メタ) アクリルアミド、スチレン、スチレンスルホン酸等が挙げられる。

【0028】上記単量体 (a) 及び (b) の共重合様式は、ランダム共重合、ブロック共重合、交互共重合、グラフト共重合の共重合様式をとることができ、得られる共重合体 (I) の高分子分散剤としての機能を損なわない限り特に制限されない。

【0029】上記共重合体 (I) は、高分子量になると増粘して取り扱い性に劣ること及びインクにした時にインクの粘度が上昇しインクの性能を低下させるという虞れがあることからその重量平均分子量が5000~20万であることが望ましく、5000~7万であることが更に望ましい。

【0030】特に、上記共重合体 (I) の中でも、分散性及び分散物の保存安定性の点から、1分子当たりオキシアルキレン基を好ましくは1~300個、更に好ましくは2~150個、一層好ましくは4~130個導入したポリアルキレングリコールモノエステル系単量体 [特に、(メタ) アクリル酸のポリアルキレングリコールエステル又はアルコキシポリアルキレングリコールエステル] と (メタ) アクリル酸系単量体とを重合して得られる共重合体を用いることが望ましい。

【0031】上記共重合体 (I) の調製方法は、該共重合体 (I) の高分子分散剤としての機能を損なわない限り特に制限されず、従来公知の調製方法が用いられる。調製方法の具体例としては、特開平7-223852号公報の第4欄42行~第5欄11行に記載の方法等が挙げられる。

【0032】上記高分子分散剤として (メタ) アクリル酸誘導体の共重合体、特に上記共重合体 (I) を用いることにより上記工程 (3) における顔料の分散性が特に向上する理由は定かではないが、下記の通りであると推察される。即ち、上記共重合体 (I) はインク中において、その分子中における電荷を有する部位 (例えばカルボニル部位) が顔料表面に吸着すると共に側鎖のポリオキシアルキレン基が外方を向いた状態で該顔料の表面を取り囲んでいる。該ポリオキシアルキレン基は鎖長が長く立体障害性が高いので、顔料同士の凝集が該ポリオキシアルキレン基によって阻害される。その結果、上記工程 (3) における顔料の分散性や保存安定性が向上すると考えられる。上記ポリオキシアルキレン基による立体障害性は、インクの pH が高い場合に特に顕著に発現するので、後述するようにインクの pH を高い領域に設定

することが好ましい。

【0033】上記高分子分散剤は、インク中に0.05~10重量%配合されることが好ましい。該高分子分散剤の配合量が0.05重量%に満たないと顔料を十分に安定させるだけの配合量に達していないので保存安定性に欠けることがあり、10重量%を超えると分散性や保存安定性がそれ以上向上しないばかりかインクの粘度を上昇させてしまうことがある。該高分子分散剤の配合量は、0.1~4重量%であることが更に好ましく、0.5~3重量%であることが一層好ましい。

【0034】本発明の製造方法で製造されるインクには、上記成分に加えて以下に述べる成分を必要に応じて配合することもできる。

【0035】上記インクにおいては、上記高分子分散剤と共に分散性向上剤を併用することが上記工程 (3) における顔料の分散性の向上の点から好ましい。該分散性向上剤としては、アニオン界面活性剤、カチオン界面活性剤、ノニオン界面活性剤、両性界面活性剤等の各種界面活性剤を用いることができる。該界面活性剤は全体として、インク中に0.01~10重量%配合されることが好ましく、0.05~5重量%配合されることが更に好ましい。

【0036】上記アニオン界面活性剤としては、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、アルカン又はオレフィンスルホン酸塩、アルキル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンアルキル又はアルキルアリールエーテル硫酸エステル塩、アルキルリン酸塩、アルキルジフェニルエーテルジスルホン酸塩、エーテルカルボキシレート、アルキルスルホコハク酸エステル塩、 α -スルホ脂肪酸エステル、及び脂肪酸塩よりなる群から選ばれる界面活性剤や、高級脂肪酸とアミノ酸の縮合物、ナフテン酸塩等を用いることができる。好ましく用いられるアニオン界面活性剤は、アルキルベンゼンスルホン酸塩 (とりわけ直鎖アルキルのもの)、アルカン又はオレフィンスルホン酸塩 (とりわけ第2級アルカンスルホン酸塩、 α -オレフィンスルホン酸塩)、アルキル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンアルキル又はアルキルアリールエーテル硫酸エステル塩 (とりわけポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩)、アルキルリン酸塩 (とりわけモノアルキルのもの)、エーテルカルボキシレート、アルキルスルホコハク酸塩、 α -スルホ脂肪酸エステル、及び脂肪酸塩よりなる群から選ばれる界面活性剤であり、特に好ましくは、アルキルベンゼンスルホン酸塩 (とりわけ直鎖アルキルのもの)、ポリオキシエチレンアルキル又はアルキルアリールエーテル硫酸エステル塩 (とりわけポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩)、及びアルキル硫酸エステル塩である。これらは単独で又は二種以上を組み合わせ用いることができる。

【0037】上記カチオン界面活性剤としては、脂肪族

アミン塩、第4級アンモニウム塩、スルホニウム塩、及びホスフォニウム塩等を用いることができる。これらは単独で又は二種以上を組み合わせ用いることができる。

【0038】上記ノニオン界面活性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアリールエーテル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル及びアルキル（ポリ）グリコシドよりなる群から選ばれる界面活性剤等を用いることができる。好ましく用いられるノニオン界面活性剤は、ポリオキシエチレンアルキルエーテル及びポリオキシエチレンアルキルアリールエーテルより選ばれる界面活性剤等である。これらは単独で又は二種以上を組み合わせ用いることができる。

【0039】上記両性界面活性剤としては、アミノ酸型化合物、ベタイン型化合物等を用いることができる。

【0040】特に、上記界面活性剤を用いる場合には、アニオン界面活性剤を用いるか、又はアニオン界面活性剤とノニオン界面活性剤とを併用し、両者の配合量をそれぞれ0.01～5重量%（特に0.01～3重量%、とりわけ0.05～2重量%）とし、且つ両者の配合比を該アニオン界面活性剤：該ノニオン界面活性剤＝100：1～1：100（特に90：1～1：70、とりわけ70：1～1：50）の重量比となるように用いることが、印刷像の印字濃度、及び長期間保存下での分散安定性の向上の点から好ましい。

【0041】また、上記界面活性剤としてアニオン界面活性剤を用いる場合には、上記高分子分散剤と該アニオン界面活性剤とは、両者の配合比が該高分子分散剤：該アニオン界面活性剤＝1：2～30：1の重量比で用いられることが好ましい。該高分子分散剤の配合量が上記範囲を超えて多くなると、該高分子分散剤の顔料に対する濡れ性が不足し、分散性が低下することがある。一方、該アニオン界面活性剤の配合量が上記範囲を超えて多くなると、インクの泡立ち性が増大し取り扱い性に劣ることがある。両者の配合比は、該高分子分散剤：該アニオン界面活性剤＝1：1～15：1であることが更に好ましく、1：1～10：1であることが一層好ましい。

【0042】上記インクにおいては、インクの記録紙への浸透性の向上と裏抜け（記録紙への裏側へのインクのしみ出し）防止とのバランスを図るために、ポリプロピレングリコールを配合することが好ましい。ポリプロピレングリコールは、その分子量が400～3000であることが好ましく、400～2000であることが更に好ましい。ポリプロピレングリコールは、インク中に0.01～3重量%配合されることが好ましく、0.01～1重量%配合されることが更に好ましい。

【0043】また、インクの乾燥性を向上させるために、脂肪族一価アルコールを配合することが好ましい。該脂肪族一価アルコールとしては、エチルアルコール、1-プロピルアルコール、及び2-プロピルアルコールのうちの一種又は二種以上を用いることが好ましく、1-プロピルアルコールを用いることが特に好ましい。該脂肪族一価アルコールは、インク中に好ましくは0.01～10重量%配合され、更に好ましくは0.1～8重量%配合される。特に、該脂肪族一価アルコールの配合量を、上記高分子分散剤の配合量との関係において、両者の配合比が該高分子分散剤：該脂肪族一価アルコール＝1：10～1：1となるように調整することにより、インクの乾燥性が一層向上する。

【0044】更に、インクの間欠吐出性を向上させるために、分子量が400～3500（特に、400～2000）であるポリエチレングリコールジサルフェート塩を配合することもできる。該ポリエチレングリコールジサルフェート塩は、インク中に0.01～3重量%配合されることが好ましく、0.01～1重量%配合されることが更に好ましい。

【0045】同様に、間欠吐出性を向上させるために、インクに糖類を配合することもできる。該糖類としては、D-グルコース、フルクトース、マルトース及びサッカロースのうちの一種又は二種以上を用いることが好ましく、サッカロースを用いることが特に好ましい。該糖類は、インク中に好ましくは0.1～5重量%配合され、更に好ましくは0.1～3重量%配合される。特に、該糖類の配合量を、上記高分子分散剤の配合量との関係において、両者の配合比が該高分子分散剤：該糖類＝20：1～1：5となるように調整することにより、間欠吐出性が一層向上する。

【0046】また同様に、間欠吐出性を向上させるために、インクにN-メチル-2-ピロリドンや1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン等の窒素含有複素環化合物を配合することもできる。該窒素含有複素環化合物は、インク中に好ましくは0.01～10重量%配合され、更に好ましくは0.1～5重量%配合される。

【0047】更に同様に、間欠吐出性を向上させるために、インクに非プロトン性極性溶媒を配合することもできる。該非プロトン性極性溶媒としては、ジメチルスルホキシド、及びスルホランのうちの一種又は二種以上を用いることが好ましい。該非プロトン性極性溶媒は、インク中に好ましくは0.01～10重量%配合され、更に好ましくは0.1～5重量%配合される。

【0048】間欠吐出性を向上させ得るこれらポリエチレングリコールジサルフェート塩、糖類、窒素含有複素環化合物、及び非プロトン性極性溶媒は、平均粒径が0.05～3 μ mである上記顔料と併用することにより間欠吐出性が更に一層向上する。

【0049】また、インクの定着性を向上させるため

に、アクリル系、水性ウレタン系、スチレン-ブタジエン系、ポリエステル系等のエマルジョンを配合することが好ましい。とりわけ、アクリル-ウレタン共重合体エマルジョンを配合することが好ましい。該エマルジョンとしては、アクリル-ウレタンブロック共重合体（ポリアクリル酸重合体にポリウレタン重合体が付加した共重合体）エマルジョンを用いることが好ましい。該エマルジョンにおける共重合体の重量平均分子量は10000～300000であることが好ましく、20000～250000であることが更に好ましい。該エマルジョンは、固形分濃度として、インク中に0.01～10重量%配合されることが好ましく、0.05～5重量%配合されることが更に好ましい。

【0050】同様に、インクの定着性を向上させるために重量平均分子量が800～300000であるポリエチレンイミンを配合することもできる。該ポリエチレンイミンとしては、アクリル鎖からなる主鎖の側鎖にグラフトされたポリエチレンイミン、水酸化処理されたポリエチレンイミン、及び両性イオン化されたポリエチレンイミンのうちの一種又は二種以上を用いることが好ましく、水酸化処理されたポリエチレンイミンを用いることが特に好ましい。該ポリエチレンイミンは、インク中に0.01～10重量%配合されることが好ましく、0.05～5重量%配合されることが更に好ましい。

【0051】また、上記インクに更に必要に応じてシリコーン系化合物等の消泡剤、クロロメチルフェノール系化合物等の防霉剤、EDTA等のキレート剤、亜硫酸塩等の酸素吸収剤等を配合することもできる。

【0052】上記インクは、印刷像の印字濃度、特に黒色の印字濃度を向上させ得る点から、そのpHが9.5～13.0であることが好ましく、10.0～12.0であることが更に好ましい。pHを上記範囲内とするためには、インクにpH調整剤、例えばアミノアルコールを配合すればよい。該アミノアルコールとしては、モノエタノールアミン（例えば、2-アミノエタノール）、トリエタノールアミン等を用いることが好ましい。

【0053】本発明の製造方法により製造されたインクは、インクジェット記録方式を用いたプリンターであれば、如何なるプリンターにおいても用いることができる。例えば、プリンターヘッドに配設された発熱抵抗素子のヒーター等による熱エネルギーを用いて記録を行う熱ジェット記録方式のプリンター、及びプリンターヘッドに配設された圧電素子を用いて記録を行う圧電素子記録方式のプリンターの何れにも使用することができる。

【0054】以下、実施例をもって本発明の有効性を例示する。しかしながら、本発明の範囲はかかる実施例に制限されるものではない。尚、以下の例中、「部」及び「%」は特に断らない限りそれぞれ重量部及び重量%を表す。

【0055】〔実施例1〕 先ず、下記の成分をディゾルバーで30分間攪拌した。

・高分子分散剤A	4部
・ラウリル硫酸ナトリウム	4部
・ジエチレングリコール	7部
・モノエタノールアミン	1部
・水	64部

次いで、20部のカーボンブラック（一次粒子径20nm）を上記ディゾルバー中に添加し、更に攪拌を50分間行い該カーボンブラック予備分散させて顔料分散物を得た。上記顔料分散物をダイノームル中に入れて、該ダイノームルに印加した該顔料分散物の単位重量当たりの積算動力が1kWh/kgになるまで分散を行った。分散終了後の上記顔料分散物に、上記高分子分散剤A、ラウリル硫酸ナトリウム、ジエチレングリコール、モノエタノールアミン、及び水を所定量添加して各成分の濃度が下記のようになるように該顔料分散物を希釈し、更に希釈液を遠心分離機で遠心分離（2500G、20分間）し、粗大粒子を除去してインクジェット記録用水系インクを得た。

・カーボンブラック	5%
・高分子分散剤A	2%
・ラウリル硫酸ナトリウム	2%
・ジエチレングリコール	7%
・モノエタノールアミン	1%
・水	83%

尚、上記高分子分散剤Aは、メタクリル酸のメトキシポリエチレングリコール（EO付加数：120個/分子）エステルとメタクリル酸ナトリウムとの共重合体である〔単量体のモル比（前者/後者）=30/70〕。

【0056】得られたインクにおける顔料の分散性を評価するために、顔料の粒径分布の再現性を下記の方法で評価した。その結果を表2に示す。

【0057】〔顔料の粒径分布の再現性〕得られたインク中の顔料の粒径分布をDLS-7000AL（大塚電子株式会社）の散乱強度分布測定により3回測定し、測定された粒径分布からピークトップ及びその標準偏差を得た。

【0058】〔実施例2及び3並びに比較例1及び2〕 顔料及び高分子分散剤の種類を表1に示す通りとし、またダイノームルに印加する顔料分散物の単位重量当たりの積算動力をそれぞれ2kWh/kg（実施例2）、5kWh/kg（実施例3）、0.08kWh/kg（比較例1）、及び12kWh/kg（比較例2）とする以外は実施例1と同様にしてインクを製造した。得られたインクについて実施例1と同様の評価を行った。その結果を表2に示す。

【0059】

〔表1〕

		顔 料	高分子分散剤
実 施 例	1	カーボンブラック	高分子分散剤 A
	2	C.I. ピグメントレッド81:1	高分子分散剤 A
	3	C.I. ピグメントブルー15:1	スチレンとアクリル酸ナトリウムとの共重合体 〔単量体の重量比 (前者/後者) = 30/70〕
比 較 例	1	カーボンブラック	スチレンとアクリル酸ナトリウムとの共重合体 〔単量体の重量比 (前者/後者) = 30/70〕
	2	C.I. ピグメントレッド81:1	スチレンとマレイン酸ナトリウムとの共重合体 〔単量体の重量比 (前者/後者) = 50/50〕

【0060】

【表2】

		ピークトップ (nm) 再現性			標準偏差 再現性		
		1 回目	2 回目	3 回目	1 回目	2 回目	3 回目
実 施 例	1	717.8	732.5	709.6	92.8	93.6	91.5
	2	661.2	663.3	660.5	88.2	86.5	87.7
	3	493.7	501.1	488.7	74.4	75.2	73.3
比 較 例	1	901.4 (1269.5)	982.4 (1463.2)	889.2 (1338.2)	260.2	326.7	337.9
	2	1027.1 (331.5)	1365.1 (667.5)	1116.4 (517.8)	299.2	456.5	316.8

*かっこ内の数値は第2ピークの値を示す。

【0061】表2に示す結果から明らかな通り、ダイノミルに印加する顔料分散物の単位重量当たりの積算動力を、0.1～10kWh/kgとして顔料分散物を分散させて得られた実施例1～3のインクは、比較例で得られたインクに比して顔料の粒径分布の再現性に優れるものであることが分かる。

【0062】

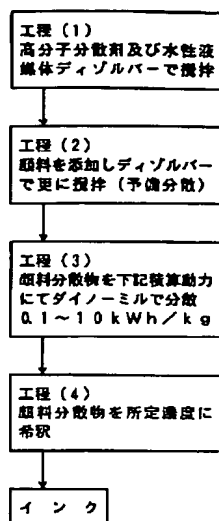
【発明の効果】本発明の製造方法によれば、顔料分散物の粘度及び粘弾性や分散機のタイプへの依存が小さく、

インクの分散工程の管理が容易となる。また、本発明の製造方法によれば、得られるインクにおける顔料の分散が非常に良好になり、また、顔料の粒径分布の再現性に優れる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のインクジェット記録用水系インクの製造方法の一実施形態のプロセスを表すフローチャートである。

【図 1】



フロントページの続き

(72)発明者 柳 秀樹
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内

(72)発明者 鈴木 祥一
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内

(72)発明者 若林 繁美
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内

(72)発明者 辻井 善明
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内